

# (19) RU (11) 2 142 812 (13) C1

(51) Int. Cl. 6 A 61 K 35/80, B 01 D 11/02

#### RUSSIAN AGENCY FOR PATENTS AND TRADEMARKS

# (12) ABSTRACT OF INVENTION

(21), (22) Application: 98107768/14, 21.04.1998

(24) Effective date for property rights: 21.04.1998

(46) Date of publication: 20.12.1999

(98) Mail address: 198020, Sankt-Peterburg, Rizhskij pr., 41, NPF "Farkos"

- (71) Applicant: Tovarishchestvo s ogranichennoj otvetstvennost'ju "Nauchno-proizvodstvennaja firma "Farkos"
- (72) Inventor: Fomin V.V., Vajnshtejn V.A., Kaukhova I.E., Limarenko Ju.A.

O

2

 $\infty$ 

(73) Proprietor:
Tovarishchestvo s ogranichennoj
otvetstvennost'ju "Nauchno-proizvodstvennaja
firma "Farkos"

### (54) METHOD FOR COMPLEX PROCESSING OF DRY SEAWEED RAW MATERIALS

(57) Abstract:

FIELD: medicine. SUBSTANCE: method pharmaceutical particularly relates to industry. According to method, dry seaweed raw material is initially subjected to extraction treatment by water-alcohol mixture. Performed is separation of extracts from cake, separation of mannitol and mineral complex from water-alcohol phase, and separation of alginate from cake. Dry vegetative raw material is subjected to extraction simultaneously by oil or fat and

water-alcohol mixture at following proportioning of components: dry vegetative raw material 1, oil or fat 3-40, ethyl alcohol 1.5-15, water 1-30. After that, separated is oil or fat phase. Used in function of dry seaweed raw material is thallus of laminaria. Application of aforesaid method allows for producing high-quality products for use in medicine and cosmetology. EFFECT: high efficiency. 5 cl, 2 tbl



# <sup>(19)</sup> RU <sup>(11)</sup> 2 142 812 <sup>(13)</sup> C1

(51) Int. Cl.<sup>6</sup> A 61 K 35/80, B 01 D 11/02

### RUSSIAN AGENCY FOR PATENTS AND TRADEMARKS

### (12) ABSTRACT OF INVENTION

(21), (22) Application: 98107768/14, 21.04.1998

(24) Effective date for property rights: 21.04.1998

(46) Date of publication: 20.12.1999

(98) Mail address: 198020, Sankt-Peterburg, Rizhskij pr., 41, NPF "Farkos"

- (71) Applicant: Tovarishchestvo s ogranichennoj otvetstvennost'ju "Nauchno-proizvodstvennaja firma "Farkos"
- (72) Inventor: Fomin V.V., Vajnshtejn V.A., Kaukhova I.E., Limarenko Ju.A.
- (73) Proprietor: Tovarishchestvo s ogranichennoj otvetstvennost'ju "Nauchno-proizvodstvennaja firma "Farkos"

2

 $\infty$ 

# (54) METHOD FOR COMPLEX PROCESSING OF DRY SEAWEED RAW MATERIALS

(57) Abstract:

FIELD: medicine. SUBSTANCE: method particularly relates to pharmaceutical industry. According to method, dry seaweed raw material is initially subjected to extraction treatment by water-alcohol mixture. Performed is separation of extracts from cake, separation of mannitol and mineral complex from water-alcohol phase, and separation of alginate from cake. Dry vegetative raw material is subjected to extraction simultaneously by oil or fat and

water-alcohol mixture at following proportioning of components: dry vegetative raw material 1, oil or fat 3-40, ethyl alcohol 1.5-15, water 1-30. After that, separated is oil or fat phase. Used in function of dry seaweed raw material is thallus of laminaria. Application of aforesaid method allows for producing high-quality products for use in medicine and cosmetology. EFFECT: high efficiency 5 cl, 2 tbl

Изобретение относится к медицине, а именно к фармацевтической промышленности, и касается способов переработки сухого сырья водорослей.

Из водорослей, в частности ламинарии, методами экстракции, упаривания, кристаллизации получают ряд ценных для медицины и техники продуктов: маннит, альгинаты, экстракты, содержащие биологически активные вещества производные хлорофилла, каротиноиды, стерины, минеральные соли [1,2;3].

Наиболее близким к предлагаемому изобретению (прототипом) является способ переработки ламинарии[3], который заключается в следующем:

Сухие слоевища водорослей экстрагируют 80-90% спиртом при 80°С в течение 1 часа. Спиртовой экстракт упаривают до водного остатка и отделяют липидные фракции (концентрат "Ламинария"). Водный остаток упаривают последовательно в две стадии и выделяют последовательно кристаллы солей (минеральный минеральных кристаллы технического концентрат) и который очищают маннита. многократной перекристаллизацией. Из шрота с применением щелочной варки, подкисления и очистки выделяют альгинат натрия. В конечном результате получают маннит, альгинат, минеральный концентрат, а также комплекс водонерастворимых липидных компонентов - концентрат "Ламинария".

Недостатками этого способа являются: Значительная степень деградации хлорофиллов в процессе упаривания спиртового экстракта.

Относительно низкая степень извлечения биологически активных веществ (БАВ).

В шроте остается значительная часть БАВ, растворимых в маслах, но не растворимых в спирте и спирто-водных смесях.

Трудоемкость и энергоемкость процесса, связанные с необходимостью упаривания и регенерации большого количества спирта.

Задачей данного изобретения является разработка способа переработки сухого сырья водорослей с целью повышения качества продукта и получения экстрактов, пригодных для изготовления готовых лекарственных и косметических препаратов.

Поставленная задача реализуется способом, предлагаемым заключается в одновременной экстракции сухого сырья водорослей двухфазной системой, содержащей жиро-масляную и спирто-водную фазы. Сущность предлагаемого изобретения заключается в следующем: сырье - сухие измельченные слоевища водорослей помещают в аппарат с плотной крышкой, мешалкой и рубашкой для нагрева и охлаждения. Приливают экстрагенты: спирт и воду, перемешивают. в аппарат приливают перемешивании масло или жир перемешивают массу при закрытой мешалке и нагревании. Возможно кипячение с обратным холодильником Затем массу И отделяют жидкость фильтрацией. Оставляют жидкость на некоторое время для расслоения и разделяют фазы на делительной воронке. Верхняя фаза представляет собой масляный или спиртовой экстракт, содержащий практически полный

N

спектр липоподных БАВ - производных хлорофилла, каротиноидов, стеринов. Эти вещества находятся в масляном экстракте в близком к нативному состоянии, т.к. обработка проводится в мягких условиях, без упаривания. Из нижней водно-спиртовой фазы кристаллизацией по описанной выше технологии - прототипу выделяют маннит и минеральный концентрат, а из шрота - альгинат.

Изобретение характеризуется примерами (таблицами 1 и 2).

В процессе исследований установлено, что при экстракции двухфазной системой по предлагаемому изобретению сухого сырья водорослей (слоевищ ламинарии, аскофиллума и фукуса) достигается высокая степень извлечения липидных компонентов (хлорофиллов, каротиноидов, стеринов). натуральных деградации Степень производных хлорофилла проявляется в характере УФ-спектра, а именно, в соотношении оптических плотностей при длинах волн максимумов D<sub>415</sub>/D<sub>670</sub> и составляет для нативных, не подвергшихся окислительной деструкции производных величину, не превышающую 2,2. Методами ТСХ установлено, что масляная фаза содержит хлорофиллы в натуральном, не деградированном состоянии (табл. 2); это выгодно отличает продукт от концентрата ламинарии, получаемого по известному способу [прототип].

Для концентрата "Ламинария", полученного по способу прототипа, отношение  $D_{450}/D_{670}$ =  $4.07\pm0.1$ , что указывает на высокую степень деструкции и присутствие в препарате продуктов разложения хлорофилла и примесей с неспецифическим поглощением в УФ-свете.

В ходе исследований установлено, что оптимальное соотношение масло-жировой и водно-спиртовой фаз должно находиться в пределах от 3:45 до 40:2,5.

Прелагаемый способ позволяет получать из водно-спиртовой фазы маннит и минеральный концентрат, а из шрота альгинат, причем в тех же количествах, что и при действующей схеме переработки.

Как видно из таблицы 2, способ получения средства, применение масляной экстракции существенно улучшает показатели качества, сохранность молекул хлорофилла по сравнению с концентратом "Ламинария" - продуктом, полученным по способу прототипа.

Литература

- 1. Эффективность использования препаратов из морских водорослей в медицине. Тез. докл. на конф., Архангельск, 1995, 35с.
- 2. Киззеветтер И. В. Биохимия сырья водного происхождения. М., Пищевая промышленность, 1973.
- 3. Некрасова В. Б., Кирова С. М., Полянская Т. Е. Рациональное применение отходов производства маннита. Пищевая и перерабатывающая промышленность, 1987, N 11, c. 24-25.
- 4. A.C. СССР N 1381925, кл. С 07 С 31/26,1987.

### Формула изобретения:

1. Способ комплексной переработки сухого сырья водорослей, включающий экстракцию водно-спиртовой смесью, отделение

-3-

экстрактов от	шрота,	выделен	ние манні	ита и
минерального	комплек	са из во	дно-спир	товой
фазы, альгина	ата из ц	ирота, с	тличающ	ийся
тем, что	сухое	растите	пьное с	ырье
экстрагируют	одновре	еменно	маслом	или
жиром и во	одно-спи	ртовой	смесью	при
следующем	массо	ВОМ	СООТНОЦ	зении
компонентов:				
Сухое раст	ительное	сырье -	1	
Масло или	жир - 3 -	40		
_				

Масло или жир - 3 - 40 Спирт этиловый - 1,5 - 15 Вода - 1 - 30

а затем отделяют масляную или жировую фазу.

- 2. Способ по п.1, отличающийся тем, что в качестве сухого сырья водорослей используют высушенные слоевища ламинарии.
- Способ по п.1, отличающийся тем, что в качестве масла используют рафинированное дезодорированное растительное масло.
- 4. Способ по п.1, отличающийся тем, что в качестве масла используют вазелиновое масло.
- 5. Способ по п.1, отличающийся тем, что в качестве жира используют свиной жир.
  - 6. Способ по п.1, отличающийся тем, что экстракцию проводят при 50-90 °C.

5

15

2142812 C

60

50

55

2 8

Cı

ĸ

U 2142812

 ${f Z}$ 

Примеры переработки сухого сырья водорослей по заявляемому способу с использованием масел и жиров, составы и выходы.

Вид сырья	Слоевища ламинарии			Слоевища фукуса		Слоевища аскофиллума	
	<b>ЗАГРУЖЕНО</b>						
Кол-во сырья, кг.	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
Вид масла	вое	куку рузн ое	вазе лин овое	Свино й жир	оливко вое	Твёрдый кондитерск ий жир	Оливковое.
Кол-во масла, кт.	1,0	0,5	2,0	1,0	0,5	1,0	1,0
Кол-во спирто – водной смеси, кт.	2,0	1,5	1,0	1,0	1,0	3,0	2,0
Концент рация спирта, % объёмн.	20	90	50	70	70	90	90
Продол жительн ость экстракц ин, часы	1,5	0,5	2,0	1,0	1,0	3,0	1,5

Темпера тура, °С.	60	80	90	60	60	80	40
получено							
Масляно го экстракт а, кг.	0,9	0,46	1,81	0,89	0,47	0,92	0,91
Концент рация произво дных хлорофи лла в масляно м экстракт е, мг%.	2,5	31,0	3,7	9,5	20,0	16,0	1,7
Выход маннита, кг.	0,0	0,15	0,04	0,01	-	•	-
Выход альгинат а, кг.	0,0 17	0,017	0,01 5	0,01	-	-	-

R ⊂

N

**1** 

N

Таблица 2. Примеры переработки сухого сырья водорослей по заявляемому способу; описание технологического процесса.

№ варна нта.	Содержание и последовательность операций.	Характеристика полученного продукта.
1.	Сухое сырьё – слоевища ламинарии заливают 90% этанолом, нагревают до 70 °С, затем приливают соевое масло. Соотношение сырьё : масло составляет 1:5по массе, соотношение масло – спирто-водный раствор – 1:3 по объёму. Перемешивают при 80 °С в течение одного часа, охлаждают до комнатной температуры, отфильтровывают через сито № 61; разделяют масляную и спирто-водную фазы на делительной воронке.	Масляный экстракт ламинарии прозрачный, интенсивно- зелёного цвета. Концентрация производных хлорофилла составляет 35,1 мг%. Соотношение оптических плотностей при длинах волн максимумов D <sub>415</sub> /D <sub>679</sub> составляет 2.01± 0,1.
2.	Сухое сырьё – слоевища ламинарии — заливают 70% этанолом, вазелиновым маслом и нагревают до 60 °C. Соотношение сырьё : масло составляет 1:5 по массе, соотношение масло – спирто-водный раствор 1:2 по объёму. Перемешивают при 60 °C в течение 1,5 часа, охлаждают до комнатной температуры, отфильтровывают шрот через сито №61; разделяют масляную и спирто - водную фазы на делительной воронке.	Масляный экстракт ламинарии - прозрачный, интенсивно- зелёного цвета. Концентрация производных хлорофилла составляет21,1 мг%. Соотношение оптических плотностей при длинах волн максимумов D <sub>415</sub> /D <sub>6-7</sub> составляет 2.04± 0,1.
3.	Сухое сырьё – слоевища фукуса – заливают 70% этанолом, вазелиновым маслом и нагревают до 80 °C. Соотношение сырьё : масло составляет 1:10 по массе, соотношение масло – спирто - водный раствор 1:1 по объёму. Перемешивают при 80 °C в течение 2 часов, охлаждают до комнатной температуры, отфильтровывают шрот через сито №61; разделяют масляную и спирто - водную фазы на делительной воронке.	Масляный экстракт ламинарии - прозрачный, интенсивно- зелёного цвета. Концентрация производных хлорофилла составляет20 мг%. Соотношение оптических плотностей при длинах волн максимумов D <sub>41</sub> / D <sub>679</sub> составляет 2.17± 0.1.
4	Сухое сырьё — слоевища ламинарии — заливают 90% этанолом, перемешивают, добавляют свиной жир дезодорированный и нагревают при перемешивании до 85 °C. Соотношение сырьё: жир составляет 1:10 по	Жировой экстракт ламинарии представляет собой массу зелёного цвета со слабым запахом водорослей. Концентрация производных

 ${f Z}$ 

42812

	массе, соотношение жир — спирто - водный раствор 1:3 по объёму. Перемешивают при 85 °С в течение 1,5 часов, отфильтровывают шрот при температуре массы 55-70 °С через сито №61; разделяют жировую и спирто - водную фазы на делительной воронке при температуре 50-60 °С. Жировая фаза при охлаждении застывает.	хлорофилла составляет 20 мг%. D <sub>415</sub> /D <sub>670</sub> =2,06 <u>-</u> 0,1.
5.	Сухое сырьё – слоевища аскофиллума заливают 90% этанолом, нагревают до 70 °С, затем приливают соевое масло. Соотношение сырьё: масло составляет 1:5по массе, соотношение масло – спирто-водный раствор – 1:3 по объёму. Перемешивают при 80 °С в течение 1 часа, охлаждают до комнатной температуры, отфильтровывают через сито № 61; разделяют масляную и спирто-водную фазы на делительной воронке.	Масляный экстракт ламинарии - прозрачный, интенсивно- зелёного цвета. Концентрация производных хлорофилла составляет 18 мг%. Соотношение оптических плотностей при длинах волн максимумов D <sub>415</sub> /D <sub>672</sub> составляет 2.15± 0,1.
6.	Получение концентрата "Ламинария" по прототипу путём экстракции сухих слоевищ ламинарии 86-90% этанолом при 80°С в соотношении 1:6 в течение 1 часа, с последующим упариванием экстракта и отделением выделившегося липидного комплекса (без применения экстракции маслом или жиром).	Концентрат "Ламинарня" представляет собой мазеобразный продукт тёмнозелёного цвета с запахом водорослей. Концентрация производных хлорофилла составляет 40-45 мг%. D <sub>415</sub> /D <sub>670</sub> =4,07±0,1.

R ∪

N

1 4 2

8 1 2

**೧** 1